

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national :

2 796 550

99 09574

(51) Int Cl⁷ : A 61 K 7/48, A 61 K 7/50

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 21.07.99.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : LABORATOIRES ASEPTA — MC.

(72) Inventeur(s) : DENCAUSSE LAURENT, GIBOT CLAUDE et LACROIX GEORGES.

(43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 26.01.01 Bulletin 01/04.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : HAUTIER.

(54) PREPARATIONS ET APPLICATIONS D'ESTERS DE N-ACYLAminoACIDES.

(57) La présente invention concerne des esters de N-acylaminocides obtenus par N-acylation ou N-polyacylation d'acides aminés issus de protéines naturelles pouvant être enrichis par un ou plusieurs acides aminés spécifiques.

La composition cosmétique est du type comprenant des mélanges de N-acylaminocides pris sous leur forme d'esters de N-acylaminocides.

Les mélanges acides aminés proviennent d'hydrolyse de protéines (végétales ou animales) pour former ainsi des mélanges d'acides aminés. La composition cosmétique est du type comprenant des esters N-acylaminocides à partir d'un mélange de plusieurs agents acylants.

L'invention trouve une application préférentielle dans des compositions cosmétiques, dermatologiques et pharmaceutiques.

FR 2 796 550 - A1



1
L'invention concerne la préparation de nouveaux esters de N-acylaminoacides. Les dérivés sont obtenus par N-acylation ou mieux par N-polyacylation d'acides aminés issus de protéines naturelles préalablement enrichis ou pas par un ou plusieurs 5 acides aminés spécifiques. Les dits acides aminés spécifiques sont sélectionnés en fonction de leurs propriétés intrinsèques.

L'invention trouve une application préférentielle dans des compositions cosmétiques, dermatologiques et pharmaceutiques.

10

Actuellement, les N-acylaminoacides qui sont couramment employés dans l'industrie cosmétique concernent des N-acylaminoacides pris sous leur forme acide ou salifiée. L'utilisation d'esters de N-acylaminoacides est à ce jour peu 15 décrite dans la littérature.

Seule la demande de brevet EP 0839 515 A2 fait référence à l'utilisation de produits particulier de ce type en cosmétique. Cependant, la demande de brevet EP 0839 515 A2 décrit exclusivement des esters de N-acylaminoacides ayant des groupes 20 acylants à nombre impair d'atome de carbone (plus spécialement C13 à C17) et des acides aminés pris individuellement.

Le premier objet de l'invention est de réaliser des esters de N-acylaminoacides à partir de sources naturelles en acides 25 aminés. Les acides aminés proviennent d'hydrolyse de protéines naturelles (végétales ou animales) et conduisent nécessairement à l'obtention de mélanges d'acides aminés. Ledit mélange d'acides aminés est ensuite estérifié avant d'être N-acylé. Les produits obtenus sont caractérisés par la présence d'un mélange 30 d'esters de N-acylaminoacides.

Les différents hydrolysats de protéines sont choisis selon leur origine et suivant la nature des acides aminés qui les constituent. Ainsi, selon les esters de N-acylaminoacides

recherchés, un hydrolysat de protéine bien particulier sera sélectionné. Les hydrolysats de protéines végétales (avoine, blé, soja) permettront d'obtenir naturellement des esters de N-acylaminoacides avec des proportions élevées en acides aminés 5 diacides (acide glutamique, acide aspartique) alors que les hydrolysats de protéines de soie (fibroïne et séricine) conduiront à l'obtention d'esters de N-acylaminoacides riches en acides β -hydroxylés (sérine et thréonine).

10 Le deuxième objet de l'invention consiste à réaliser de nouveaux esters de N-acylaminoacides à partir d'un mélange renfermant plusieurs agents acylants.

À notre connaissance, la réaction de condensation du ou des acides aminés s'effectue exclusivement sur un agent acylant et 15 non sur un mélange renfermant plusieurs agents acylants. L'association de plusieurs agents acylants constitue donc une innovation. Les mélanges acylants pourront être binaires, ternaires, quaternaires ou plus selon le type de 20 N-acylaminoacides recherchés. Des compositions acylantes très différentes pourront être réalisées en faisant varier selon les besoins les proportions des différents halogénures d'acides constitutifs.

Les mélanges acylants destinés à être condensés sur les acides aminés ont pour formule générale I :

25
$$(RCOX + R_1COX + \dots + R_nCOX)_m$$

X est un halogénure, R, R₁, ..., R_n sont des radicaux alkyles ou aryles saturés ou non et m est ≥ 1 .

30 Le nouveau procédé de préparation des N-acylaminoacides et de leurs esters (EP 0.882.702.A1) a été appliqué à un mélange d'halogénures d'acides. Les résultats montrent que la réactivité des différents halogénures d'acides vis à vis des acides aminés diffère peu. Ainsi, les dérivés N-polyacylés sont

à la fois à l'image des acides aminés présents initialement mais également à l'image du mélange acylant réalisé. À titre d'exemple les mélanges acylants suivants ont été développés :

- Mélange de chlorure de palmitoyle/chlorure d'oléoyle 85/15 5 (mol/mol)
- Mélange de chlorure de lauroyle/chlorure d'undécénoyle 60/40 (mol/mol)
- Mélange de chlorure de lauroyle/chlorure de pentadécanoyle 99/1 (mol/mol)

10

La réalisation de tels mélanges permettra de cumuler les propriétés propres à chaque chaînes acylantes.

Le troisième objet de l'invention concerne la réalisation de 15 mélanges d'acides aminés comprenant une association :

- -d'acides aminés issus de protéines naturelles ;
- d'un ou de plusieurs acides aminés pris individuellement.

L'association d'acides aminés provenant d'hydrolysats de 20 protéines naturelles et d'un ou de plusieurs acides aminés spécifiques est réalisée sur matière sèche. Les proportions de chaque acide aminé additionné pourront varier de 0 à 70% et plus précisément de 5 à 60% en masse par rapport à l'hydrolysat.

25

Les différents acides aminés individuels destinés à enrichir et à optimiser les hydrolysats de protéines sont sélectionnés en fonction de leurs propriétés intrinsèques.

Ainsi, les acides aminés β -hydroxylés tels que la sérine, la 30 thréonine ou la tyrosine seront choisis pour leurs propriétés hydratantes et leurs aptitudes à réaliser des interactions hydrogènes avec l'eau.

Des acides aminés essentiels pourront également être associés aux hydrolysats protéiques. La leucine sera par exemple retenue

en raison de sa contribution à la cicatrisation de la peau alors que la méthionine interviendra de manière à constituer un apport exogène en souffre particulièrement recherché dans le traitement et dans le soin des phanères (cils, ongles, 5 cheveux).

À titre d'exemple, les hydrolysats de protéines enrichis par les acides aminés suivants ont été développés :

Acides aminés de soie additionnés de 20 à 60% en masse de 10 sérine ;

10 Acides aminés de soie additionnés de 5 à 10% en masse de méthionine ;

Acides aminés d'avoine additionnés de 20 à 60% en masse de leucine ;

15 Acides aminés de blé additionnés de 10 à 30% en masse de thréonine.

Selon les trois objets inventifs de ce brevet, différents esters de N-acylaminoacides pourront être composés selon :

- 20 ▪ la nature de l'agent acylant ou des mélanges acylants utilisés ;
- l'origine des hydrolysats protéiques utilisés ;
- la nature du ou des acides aminés utilisés pour enrichir les différents hydrolysats de protéines.

Le tableau 1 permet de décrire sommairement les différentes 25 associations permettant de réaliser de nouveaux esters de N-acylaminoacides.

Tableau 1 :

5

Associations permettant de réaliser de nouveaux esters de N-acylaminoacides

Sous forme d'esters	1 seul agent acylant utilisé	Mélange de plusieurs agents acylants
Hydrolysat de protéine	+	+
Hydrolysat de protéine enrichi par 1 ou plusieurs acides aminés individuels	+	+
1 acide aminé pris individuellement	-	⊗

+ : Associations pouvant être à l'origine de nouveaux esters de N-acylaminoacides.

- : Esters de N-acylaminoacides déjà décrits antérieurement.

⊗ : Esters de N-acylaminoacides qui sortent du cadre de développement prévu.

15 Selon les associations décrites dans le tableau 1, les nouveaux esters de N-acylaminoacides suivants ont été développés :

1 seul agent acylant associé à 1 hydrolysat de protéines :

N-Palmitoyl - Soie méthyl ester ;

20 N-Undécénoyl - Soie méthyl ester ;

N-Undécénoyl - Avoine méthyl ester.

1 seul agent acylant associé à 1 hydrolysat de protéines enrichi par 1 acide aminés spécifique :

25 N-Lauroyl - Soie/Sérine (80/20) méthyl ester ;

N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester ;

N-Palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) méthyl ester ;

N-Palmitoyl - Blé/Thréonine (70/30) méthyl ester.

Mélange d'agents acylants associé à 1 hydrolysat de protéines :

N-Lauroyl/Pentadécanoïl (99/1) - Soie méthyl ester ;

N-Lauroyl/Undécénaryl (60/40) - Soie méthyl ester.

5

Mélange d'agents acylants associé à 1 hydrolysat de protéines enrichi par 1 acide aminé spécifique :

N-Palmitoyl/Oléoyl (85/15) - Soie/Sérine (40/60) méthyl ester ;

N-Palmitoyl/Oléoyl (90/10) - Soie/Méthionine (90/10) méthyl 10 ester ;

N-Palmitoyl/Oléoyl (85/15) - Avoine/Leucine (40/60) méthyl ester ;

N-Lauroyl/Pentadécanoïl (99/1) - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester.

15

Ces différents N-acylaminoacides esters de protéines naturelles additionnées trouvent une application préférentielle en podologie (compositions destinées à la prévention et au soin des mycoses), en cosmétologie pour l'entretien des phanères et 20 des capillaires (préparations fortifiantes et traitantes) ainsi que pour les soins cosmétiques du visage et des mains (formulations destinées à favoriser l'hydratation cutanée). Les nouveaux esters de N-acylaminoacides de la présente invention peuvent être incorporés dans de nombreuses formulations 25 émulsionnées (crèmes, gels, shampooings), des solutions (lotions, sprays) et des préparations pulvérulentes (poudres, atomisats).

Dans les produits dermo-cosmétiques de soin du visage et des mains les esters de N-acylaminoacides présentent un pouvoir 30 substantif à de faibles concentrations et une pénétration significative de la barrière cutanée améliorant ainsi les propriétés mécaniques et le taux d'hydratation de la peau. Dans ce domaine, les esters N-Palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) sont particulièrement actifs.

A ce titre, l'effet hydratant d'une émulsion huile/eau renfermant 0,5% d'esters méthyliques de N-palmitoyl soie/sérine (40/60, m/m) a été démontré sur dix volontaires sains de sexe féminin (âge moyen 37±4ans) présentant une peau sèche au niveau 5 des jambes (étude n°99363 réalisée sous contrôle dermatologique).

L'application standardisée et isolée de l'échantillon sur une jambe de chacune des dix volontaires (l'autre jambe servant de témoin) a permis de contrôler les variations en pourcentage ($\Delta\%$) du taux d'hydratation cutané à t 1 heure, t 3 heures et t 6 10 heures. Les résultats sont rassemblés dans le graphique 1.

L'augmentation du taux d'hydratation cutanée obtenu une heure (64±8%), trois heures (52±7%), et six heures (40±7%) après 15 l'application de la crème confirme l'excellent pouvoir hydratant du produit *in vivo* sur l'homme. Les variations obtenues sont statistiquement significatives ($p<0,001$ - test de Student bilatéral sur séries appariées).

Dans les préparations capillaires une absorption et une 20 pénétration caractéristique des esters de N-acylaminoacides a été observée sur la cuticule des cheveux notamment lors de l'utilisation du N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester qui en raison de son faible poids moléculaire présente une substantivité intéressante. L'association du chlorure 25 d'undécényle comme agent acylant permet d'obtenir des esters de N-acylaminoacides qui présentent des propriétés fongicides très intéressantes dans le traitement des états pelliculaires des cheveux et dans le cadre du soin des mycoses. D'autre part, les esters de N-acylaminoacides présentent une solubilité 30 importante dans les solvants alcooliques ce qui autorise la préparation de lotions, d'ampoules capillaires antipelliculaires et de solutions antimycosiques spécifiques. Les exemples qui suivent décrivent en détail la préparation de certains N-acylaminoacides esters de protéines naturelles additionnées et leurs applications cosmétiques.

Exemple 1

Synthèse du N-Palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) méthyl ester.

(1) Préparation du substrat protéique de soie enrichi en sérine

5 Dans un erlenmeyer, 10g d'acides aminés de soie atomisés sont additionnés de 15g de sérine selon les proportions massiques correspondants au mélange binaire 40% d'acides aminés de soie atomisée et 60% de sérine.

10 La composition en acides aminés de la protéine de soie qui est utilisée est donnée dans le tableau 2.

Tableau 2

Aminogramme des acides aminés atomisés de la soie (% m/m)

Acides aminés	% massiques	Acides aminés	% massiques
Glycine	45,24	Tyrosine	0,14
Alanine	42,90	Isoleucine	0,05
Sérine	10,29	Méthionine	0,04
A. Glutamique	0,46	Phénylalanine	0,03
Valine	0,44	Leucine	0,03
A. Aspartique	0,36	Cystéine	0,02

15 Le pourcentage initial de sérine dans la soie utilisée est de 10,29%. L'addition de 15g de sérine permet d'augmenter artificiellement les proportions globales de sérine pour obtenir un pourcentage total égal à 64,12%. Cette addition de sérine permet de disposer d'un hydrolysat de soie 20 particulièrement riche en β -hydroxyacides.

(2) Estérification de l'hydrolysat de soie enrichi en sérine

L'estérification des 25g d'hydrolysat de soie enrichi en sérine est réalisée dans un ballon bicol de 250ml. Les équivalences de 25 réactifs à additionner sont calculées suivant le nombre total

de moles d'acides aminés à estérifier. Le tableau 3 présente les proportions molaires d'acides aminés dans 25g de mélange soie/sérine (40/60 ; m/m).

5

Tableau 3
Proportions molaires des différents acides aminés dans 25g de mélange soie/sérine (40/60; m/m)

Acides aminés	Proportions molaires	Acides aminés	Proportions molaires
Glycine	0,0602	Tyrosine	$7,72 \cdot 10^{-5}$
Alanine	0,0481	Isoleucine	$3,81 \cdot 10^{-5}$
Sérine (totale)	$9,8 \cdot 10^{-3} + 0,142$	Méthionine	$2,68 \cdot 10^{-5}$
A. Glutamique	$3,12 \cdot 10^{-4}$	Phénylalanine	$1,81 \cdot 10^{-5}$
Valine	$3,75 \cdot 10^{-4}$	Leucine	$1,81 \cdot 10^{-5}$
A. Aspartique	$2,70 \cdot 10^{-4}$	Cystéine	$1,65 \cdot 10^{-5}$

10

Dans 25g de mélange soie/sérine (40/60 ; m/m), le nombre total de moles estérifiées est égal à 0,262. Le mélange d'acides aminés est additionné de 150 ml de méthanol puis de 0,7eq de SOCl_2 soit 0,178 mole, soit une masse de 21,20g et un volume de 15 13,0ml. Le chlorure de thionyle est additionné goutte à goutte tout en maintenant le mélange méthanolique d'acides aminés à une température proche de 5°C (bain de glace). Lorsque la totalité du SOCl_2 a été additionnée, le mélange réactionnel est ensuite chauffé à reflux pendant 1 heure. Le méthanol et le 20 SOCl_2 , en excès sont éliminés à l'évaporateur rotatif sous vide. Les esters d'acides aminés sous forme de chlorhydrate sont de couleur blanche. La masse obtenue est de 36,5g ce qui correspond à un rendement d'estérification par rapport aux 25 acides aminés de 96%. Le nombre total de moles d'acides aminés à acyler est alors de 0,251 mole.

(3) Synthèse des N-palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) méthyl ester

Les 36,5g d'esters d'acides aminés sous forme de chlorhydrate sont placés dans un ballon bicol de 1 litre en présence de

5 400ml de chlorure de méthylène et de 59,5ml de triéthylamine (1,7équivalents/acides aminés estérifiés). Le mélange est

refroidi entre 0-5°C puis additionné de 0,98eq soit 0,246 mole ou 67,6g de chlorure de palmitoyle en solution dans 30ml de

chlorure de méthylène. Après addition de l'agent acylant, le

10 mélange est agité pendant une heure puis transféré dans une ampoule à décanter. La phase organique est lavée 4 fois par

250ml d'eau acidulée pour éliminer la triéthylamine en excès.

La phase organique est séchée, filtrée puis évaporée sous vide.

Les esters méthyliques de N-palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) sont

15 purifiés par recristallisation dans 200ml d'hexane puis séchés à l'étuve à 40°C.

77,5g de N-palmitoyl - Soie/Sérine (40/60) méthyl ester sont obtenus sous forme de poudre blanche avec une odeur caractéristique.

20 Le rendement massique de la synthèse est de 85,7%.

Les propriétés physico-chimiques des esters méthyliques des N-palmitoyl soie/sérine (40/60;m/m) sont donnés ci-dessous :

Nombre d'ondes IR caractéristiques (en cm⁻¹)

25 719, 1227, 1544, 1645, 1727, 1742, 2850, 2919, 3314, 3497.

Analyse élémentaire

Valeur calculée	C : 68,26	H : 11,19	N : 4,03	O : 16,52
Valeur trouvée	C : 69,58	H : 11,07	N : 3,16	O : 16,19

30 **Point de fusion**

74°C (± 2°C)

5 Exemple 2

Synthèse du N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester.

10 (1) Préparation du substrat protéique de soie enrichi en sérine

Dans un erlenmeyer, 10g d'acides aminés de soie atomisés sont additionnés de 4,3g de sérine selon les proportions massiques correspondants au mélange binaire 70% d'acides aminés de soie atomisée et 30% de sérine. La composition en acides aminés de 15 la protéine de soie qui est utilisée est celle donnée dans le tableau 2 de l'exemple 1.

15 L'addition de 4,3g de sérine permet d'augmenter artificiellement les proportions globales de sérine et d'obtenir un pourcentage total en sérine égal à 37%. Cette 20 addition de sérine permet de disposer d'un hydrolysat de soie particulièrement riche en β -hydroxyacides.

25 (2) Estérification de l'hydrolysat de soie enrichi en sérine

25 L'estérification des 14,3g d'hydrolysat de soie enrichi en sérine est réalisée dans un ballon bicol de 250ml. Les équivalences de réactifs à additionner sont calculées suivant le nombre total de moles d'acides aminés à estérifier. Le 30 tableau 4 présente les proportions molaires des différents acides aminés dans 14,3g de mélange soie/sérine (70/30;m/m)

Tableau 4

5 Proportions molaires des différents acides aminés dans 14,3g de mélange soie/sérine (70/30; m/m)

Acides aminés	Proportions molaires	Acides aminés	Proportions molaires
Glycine	0,0602	Tyrosine	$7,72 \cdot 10^{-5}$
Alanine	0,0481	Isoleucine	$3,81 \cdot 10^{-5}$
Sérine (totale)	$9,8 \cdot 10^{-3} + 0,04$	Méthionine	$2,68 \cdot 10^{-5}$
A. Glutamique	$3,12 \cdot 10^{-4}$	Phénylalanine	$1,81 \cdot 10^{-5}$
Valine	$3,75 \cdot 10^{-4}$	Leucine	$1,81 \cdot 10^{-5}$
A. Aspartique	$2,70 \cdot 10^{-4}$	Cystéine	$1,65 \cdot 10^{-5}$

Dans 14,3 g de mélange soie/sérine (70/30 ; m/m) le nombre total de moles estérifiées est égal à 0,159. Le mélange d'acides aminés est additionné de 150 ml de méthanol puis de 0,7eq de SOCl_2 soit 0,11 mole, soit une masse de 13,25g et un volume de 8,1ml. Le chlorure de thionyle est additionné goutte à goutte tout en maintenant le mélange méthanolique d'acides aminés à une température proche de 5°C (bain de glace). Lorsque la totalité du SOCl_2 a été additionnée, le mélange réactionnel est ensuite chauffé à reflux pendant 1 heure. Le méthanol et le SOCl_2 en excès sont éliminés à l'évaporateur rotatif sous vide. Les esters d'acides aminés sous forme de chlorhydrate sont de couleur blanche. La masse obtenue est de 21,4g ce qui correspond à un rendement d'estérification par rapport aux acides aminés de 96%.

Le nombre total de mole d'acides aminés à acyler est alors de 0,152 mole.

(3) Synthèse des N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester

Les 21,4g d'esters d'acides aminés sous forme de chlorhydrate sont placés dans un ballon bicol de 1 litre en présence de

5 400ml de chlorure de méthylène et de 36,0ml de triéthylamine (1,7équivalents/acides aminés estérifiés). Le mélange est refroidi entre 0-5°C puis additionné de 30,2g (0,98 équivalent/acides aminés estérifiés) de chlorure d'undécénoyle en solution dans 30ml de chlorure de méthylène. Après addition 10 de l'agent acylant, le mélange est agité pendant une heure puis transféré dans une ampoule à décanter. La phase organique est lavée 4 fois par 250ml d'eau acidulée pour éliminer la triéthylamine en excès. La phase organique est séchée, filtrée puis évaporée sous vide.

15 Les esters méthyliques de N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) sont purifiés par recristallisation dans 200ml d'hexane puis séchés à l'étuve ventilée à 30°C.

20 31g de N-Undécénoyl - Soie/Sérine (70/30) méthyl ester sont obtenus sous forme de poudre blanche avec une odeur caractéristique de l'acide undécylénique.

Le rendement massique de la synthèse est de 72%.

Les propriétés physico-chimiques des esters méthyliques du N-Undécénoyl soie/sérine (70/30;m/m) sont donnés ci-dessous :

25 Nombre d'ondes IR caractéristiques (en cm^{-1})

910, 1210, 1544, 1645, 1728, 1748, 2852, 2925, 3305, 3497

Analyse élémentaire

30

Valeur calculée	C : 65,26	H : 9,82	N : 5,19	O : 19,73
Valeur trouvée	C : 65,52	H : 9,57	N : 4,46	O : 20,45

Point de fusion<40°C (± 2°C)Exemple 3

5 Applications des N-acylaminoacides esters de protéines naturelles additionnées à des produits cosmétiques destinés à l'hygiène corporelle et aux soins cosmétiques.

• *Composition crème hydratante pour les pieds*

INGRÉDIENTS	%
ISOPROPYL PALMITATE	15
GLYCERYL STEARATE	5
CETEARETH-20	3
LANOLIN	2
GLYCERIN	10
N-PALMITOYL / - SOIE/SÉRINE MÉTHYL ESTER (40/60)	3
ALPHA TOCOPHÉROL	0,5
PARFUM (FRAGRANCE)	Quantité nécessaire (proper amount)
CONSERVATEURS (Antiseptics)	Quantité nécessaire (proper amount)
AQUA (Purified water)	qsp 100 (balance)

• *Composition crème antitranspirante pieds pour la prévention des mycoses*

INGRÉDIENTS	%
GLYCÉRYL STÉARATE	7
GLYCÉRINE	5
CETEARETH-12	4
PARAFFINUM LIQUIDUM	3
ALUMINIUM CHLORHYDRATE	10
UNDÉCÉNOYL - SOIE/SÉRINE MÉTHYL ESTER 70/30	3
ALPHA TOCOPHÉROL	0,2%
FRAGRANCE	Quantité nécessaire (proper amount)
CONSERVATEURS (Antiseptics)	Quantité nécessaire (proper amount)
AQUA (Purified water)	qsp 100 (balance)

5

• *Composition savon crème purifiant peaux grasses et acnéiques*

INGRÉDIENTS	%
GLYCÉRYL STÉARATE	8
PARAFFINUM LIQUIDUM	4
SODIUM TEA HYDROLIZED PROTEIN	3
UNDÉCÉNOYL - SOIE/SÉRINE MÉTHYL ESTER 70/30)	3
STEARIC ACID	Quantité nécessaire (proper amount)
CONSERVATEURS (Antiseptics)	Quantité nécessaire (proper amount)
FRAGRANCE	Quantité nécessaire (proper amount)
AQUA (Purified water)	Qsp 100 (balance)

• *Composition shampooing fortifiant*

INGRÉDIENTS	%
SODIUM COCETH SULFATE	10
SODIUM LAURYL SULFATE	15
COCOAMIDOPROPYL BETAÏNE	7
PEG 40 GLYCERYL COCOATE	4
COCAMIDE DEA	3
N-LAUROYL/PENTADÉCANOYL (99/1) - SOIE/SÉRINE MÉTHYL ESTER (70/30)	1
FRAGRANCE	Quantité nécessaire (proper amount)
CONSERVATEURS (Antiseptics)	Quantité nécessaire (proper amount)
AQUA (PURIFIED WATER)	Quantité nécessaire (proper amount)

5

• *Composition lotion antipelliculaire*

INGRÉDIENTS	%
ALCOOL DÉNATURÉ	45
UNDÉCÉNOYL - SOIE/SÉRINE MÉTHYL ESTER (70/30)	2
ROSMARINUS OFFICINALIS	0,2
THYMUS VULGARIS	1
AQUA (PURIFIED WATER)	qsp 100 (balance)

10

REVENDICATIONS

1. Composition cosmétique du type comprenant des mélanges de N-acylaminoacides pris sous leur forme d'esters de N-acylaminoacides.

5 2. Composition cosmétique selon la revendication 1 caractérisée par le fait

que les mélanges acides aminés proviennent d'hydrolyse de protéines (végétales ou animales) pour former ainsi des 10 mélanges d'acides aminés.

15 3. Composition cosmétique selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2 du type comprenant des esters N-acylaminoacides à partir d'un mélange de plusieurs agents acylants.

4. Composition selon la revendication 3 caractérisée par 20 le fait

que les mélanges acylants peuvent être binaires, ternaires, quaternaires ou plus selon le type de N-acylaminoacides recherché.

25 5. Composition selon la revendication 1 caractérisée par le fait

qu'il comprend une combinaison :

- d'acides aminés issus de protéines naturelles,
- d'un ou de plusieurs acides aminés pris 25 individuellement.

6. Composition selon la revendication 5 caractérisée par le fait

que les proportions de chaque acide aminé additionné peuvent varier de 0 à 70 % en masse par rapport à 30 l'hydrolysat.

7. Composition selon la revendication 6 caractérisée par le fait

que les proportions de chaque acide aminé additionné peuvent varier de 5 à 60 % en masse par rapport à l'hydrolysat.

8. Composition selon la revendication 3 caractérisée par 5 le fait

que les mélanges acylants sont les suivants :

- mélange de chlorure de palmitoyle/chlorure d'oléoyle 85/15 (mol/mol).

9. Composition selon la revendication 3 caractérisée par 10 le fait

que les mélanges acylants sont les suivants :

- mélange de chlorure de lauroyle/chlorure d'undécénoyle 60/40 (mol/mol).

10. Composition selon la revendication 3 caractérisée par 15 le fait

que les mélanges acylants sont les suivants :

- mélange de chlorure de lauroyle/chlorure de pentadécanoyle 99/1 (mol/mol).

11. Composition selon la revendication 7 caractérisée par 20 le fait

que l'hydrolysat de protéines enrichis par les acides aminés est le suivant :

- acides aminés de soie additionnés de 20 à 60 % en masse de sérine.

25 12. Composition selon la revendication 7 caractérisée par le fait

que l'hydrolysat de protéines enrichis par les acides aminés est le suivant :

- acides aminés de soie additionnés de 5 à 10 % en masse 30 de méthionine.

13. Composition selon la revendication 7 caractérisée par le fait

que l'hydrolysat de protéines enrichis par les acides aminés est le suivant :

- acides aminés de soie additionnés de 20 à 60 % en masse de leucine.

14. Composition selon la revendication 7 caractérisée par le fait

5 que l'hydrolysat de protéines enrichis par les acides aminés est le suivant :

- acides aminés de soie additionnés de 10 à 30 % en masse de thréonine.

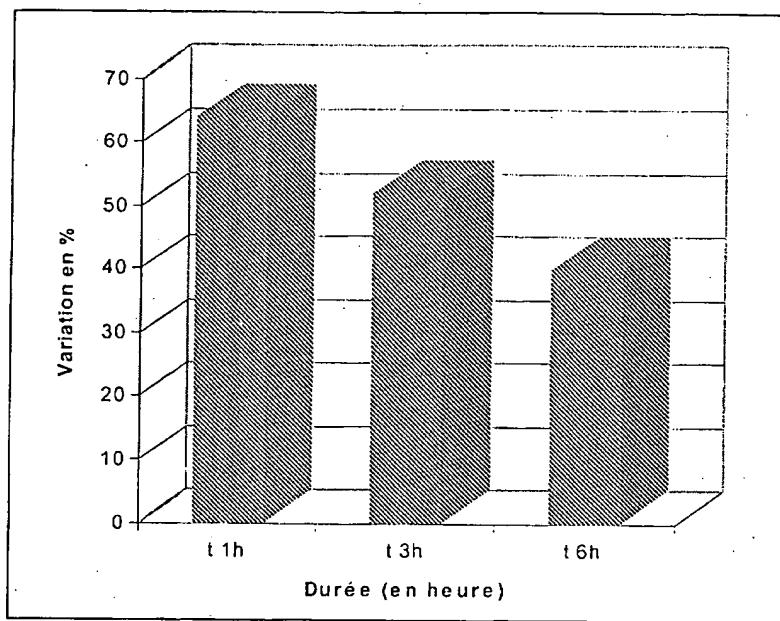
15. Utilisation d'une composition selon l'une quelconque 10 des revendications 1 à 14 caractérisée par le fait

qu'elle correspond au principe actif défini dans les revendications 1 à 14.

16. Produit cosmétique et/ou dermatologique composé selon l'une quelconque des revendications 1 à 14 pour une 15 application destinée à l'hygiène corporelle et aux soins cosmétiques.

1/1

Graphique 1
Variation en % du taux d'hydratation cutanée une heure,
trois heures et six heures après application*



*mesures réalisées sur un cornéomètre CM 820

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

N° d'enregistrement
nationalétabli sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la rechercheFA 575928
FR 9909574

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X,D	EP 0 882 702 A (ASEPTA LAB) 9 décembre 1998 (1998-12-09) * le document en entier *	1,2,6, 15,16
Y	---	1,2,5-7
X	EP 0 928 608 A (AJINOMOTO KK) 14 juillet 1999 (1999-07-14) * page 3, ligne 39 - page 4, ligne 39 * * page 8, ligne 13 - ligne 20 * * tableaux 9,43 * * revendications 1-6 * * tableaux 8,10,27 *	1,15,16
Y	---	2,5-7
X	FR 2 074 498 A (AJINOMOTO KK) 1 octobre 1971 (1971-10-01) * tableau 1 * * page 11, ligne 7 - page 12, ligne 9 *	1,15,16
Y	* exemple 6 *	2,5,7
X,D	EP 0 839 515 A (KASHIMA OIL) 6 mai 1998 (1998-05-06) * page 2, ligne 26 - page 3, ligne 4 * * page 3, ligne 42 - ligne 47 *	1,15,16
Y	---	2,6
Y	FR 2 609 393 A (SEROBIOLOGIQUES LAB SA) 15 juillet 1988 (1988-07-15) * page 1, ligne 6 - ligne 31 * * page 4, ligne 29 - page 5, ligne 24 * * exemples 2,3,13,14 *	1,2,5-7
X	FR 2 203 806 A (AJINOMOTO KK) 17 mai 1974 (1974-05-17) * page 1, ligne 30 - page 2, ligne 15 * * page 4, ligne 37 - page 5, ligne 2 * * exemples 30-34 * * revendications 1-30 *	1,3,4, 15,16
	---	-/-
2	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
	10 mars 2000	Bazzanini, R
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul		
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général		
O : divulgation non-écrite		
P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention		
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.		
D : cité dans la demande		
L : cité pour d'autres raisons		
S : membre de la même famille, document correspondant		

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2796550

N° d'enregistrement
nationalFA 575928
FR 9909574

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendications concernées de la demande examinée	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.7)	
X	DE 22 60 640 A (KAO CORP) 14 juin 1973 (1973-06-14) * page 3, alinéa 3 - page 4, alinéa 3 * * tableau 1 * * exemples 2,5 *	1, 15, 16		
2				
			Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
			10 mars 2000	Bazzanini, R
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	
			X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention
			Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
			A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général	D : cité dans la demande
			O : divulgation non-écrite	L : cité pour d'autres raisons
			P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant